

Союз Советских  
Социалистических  
Республик



Государственный комитет  
Совета Министров СССР  
по делам изобретений  
и открытий

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 566439

ВЕСЕЛОУСНАЯ  
ПАТЕНТНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ  
БИБЛИОТЕКА

- (61) Дополнительное к авт. свид-ву —  
(22) Заявлено 21.05.75 (21) 2136382/26  
с присоединением заявки № —  
(23) Приоритет —  
(43) Опубликовано 22.01.1980 Бюллетень № 1  
(45) Дата опубликования описания —

(51) М. Кл.<sup>2</sup>  
C 01 B 31/06

(53) УДК 10 JUL 2000  
666.233(088.8)

(72) Авторы изобретения К.Х. Бибеев, Л.Ф. Афанасьева и Л.З. Штеранберг

(71) Заявитель Ордена Трудового Красного Знамени Институт физики высоких давлений АН СССР

(54) Способ химической обработки поликристаллических алмазных агрегатов

Изобретение относится к области изготовления деталей машин и инструмента, оснащенных поликристаллическими сверхтвердыми агрегатами, например, алмазами типа баллас и карбонадо, в частности, буровых коронок, полот, абразивных кругов, выглаживателей, карандашей для правки абразивных кругов, резцов и фильер.

Известны различные способы улучшения свойств зерен абразивных материалов в том числе и алмаза, например, путем нанесения на поверхность алмаза слоя пористого или кристаллического карбида кремния в газовой среде при температурах 1300-1500°C [1] или путем термообработки зерен в вакууме при температурах 1500-1600°C и вакууме  $1 \times 10^{-4}$  -  $10 \times 10^{-5}$  мм рт.ст. [2].

Эти способы не пригодны для улучшения свойств поликристаллических алмазных агрегатов, которые из-за наличия в них /в качестве технологической примеси/ металла - катализатора, при столь высоких температурах будут графитироваться. Это приведет к уменьшению их прочности и абразивной способности.

Известен также способ повышения износостойкости абразивных изделий, согласно которому алмазы покрывают металлом [3]. Этот метод не пригоден для улучшения механических свойств поликристаллических алмазов, так как такое покрытие не может повысить абразивную способность агрегатов.

Наиболее близким к описываемому является способ химической обработки поликристаллических алмазных агрегатов, синтезированных в присутствии катализаторов на основе никеля и хрома, путем воздействия минеральных кислот при нагревании, в том числе смесью концентрированных азотной и серной кислот, содержащей от 10 до 20 %  $\text{HNO}_3$  в  $\text{H}_2\text{SO}_4$  [4].

Этот способ обработки не позволяет улучшить механические свойства поликристаллических алмазных агрегатов, так как использование такого сильного окислителя, как смесь азотной и серной кислот, приводит к падению прочности и уменьшению абразивной способности алмазных агрегатов.

Целью изобретения является повышение абразивной способности алмазных агрегатов.

Это достигается тем, что поликристаллические алмазы, синтезированные в присутствии никеля и хрома,

обрабатывают при 20-100°C смесью соляной кислоты, концентрации 35-38 %, азотной кислоты, концентрации 61-68 % и воды в объемных отношениях от 1:1:1 до 1:1:2. Предпочтительно вести обработку в течение 10-15 мин ..

Отличительными признаками способа является использование слабого окислителя, определенное соотношение ингредиентов окислительной смеси и температура обработки от 20 до 100°C.

Технология способа состоит в следующем. В смесь, состоящую из соляной кислоты, концентрации 35-38 %, азотной кислоты, концентрации 61-68 % и дистиллированной воды, взятых в объемных соотношениях от 1:1:1 до 1:1:2, помещают поликристаллические алмазные агрегаты, синтезированные в присутствии сплава на основе никеля и хрома, и выдерживают при

20°C в течение, примерно 5 час , либо смесь нагревают до 100°C и время выдержки алмазов в смеси составляет 10-15 мин . Затем смесь сливают, поликристаллические алмазные агрегаты промывают дистиллированной водой для удаления остатков смеси и просушивают.

Пример 1. Сто поликристаллических алмазных агрегатов с микроструктурой карбоада, синтезированных из графита, марки МП-ССЧ, в присутствии сплава, содержащего никель и хром в отношении 4:1, обрабатывают смесью соляной кислоты, концентрации 35-38 % и азотной кислоты, концентрации 61-68 %, и дистиллированной воды в объемном отношении 1:1:1 при температуре 100°C в течение 15 мин . Часть образцов ~ 5 % разрушается. После обработки агрегаты промывают дистиллированной водой и просушивают. После химической обработки 50 %

алмазных агрегатов имеет абразивную способность свыше  $600 \cdot 10^3$  мг/мг, а до обработки 50 % алмазных агрегатов имеет абразивную способность  $/50 \cdot 100 \cdot 10^3$  мг/мг.

Поликристаллические алмазные агрегаты, обработанные согласно предложенному способу, обладают повышенной абразивной способностью, повышенной износостойкостью, что позволяет увеличить срок службы алмазного инструмента и улучшить его качество.

Кроме того, предложенный способ дает возможность проведения отбора агрегатов, пригодных для изготовления однокристалльного инструмента.

Аналогичным способом можно улучшить механические свойства поликристаллических алмазных агрегатов, синтезированных в присутствии другого катализатора, при соответствующем подборе минеральных кислот.

#### Формула изобретения

1. Способ химической обработки поликристаллических алмазных агрегатов, синтезированных в присутствии катализатора-сплава на основе никеля и хрома, путем воздействия минеральных кислот при нагревании, отличающийся тем, что, с целью повышения абразивной способности алмазных агрегатов, их обрабатывают при  $20-100^\circ\text{C}$  смесью соляной кислоты, концентрации 35-38 %, азотной кислоты, концентрации 61-68 % и воды в объемных соотношениях от 1:1:1 до 1:1:2.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что обработку ведут в течение 10-15 мин.

By

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

1. Патент Великобритании/1228253, кл. С 4V, 15.08.67.
2. Авторское свидетельство СССР/321513, кл. С 04 В 35/60, 01.02.72.
3. Патент Великобритании № 1041430, кл. С4V, 23.12.64.
4. Industrial Diamond Rev. № 180, 1955. в. II, Т. 15, с. 210.

Редактор

Гинзбург

Подписано к печати 3.5.74 Заказ № 152.3 Тираж 9 экз.

Производственно-полиграфическое предприятие "Патент", Березниковская наб. 24

Union of Soviet Socialist Republics	<b>PATENT SPECIFICATION FOR AUTHOR'S CERTIFICATE</b>	(11) 566439 ALL-UNION PATENT LIBRARY
	(61) Supplementary to author's certificate – (22) Application submitted May 21, 1975 (21) 2136382/26 with incorporation of patent No. – (23) Priority – (43) Published <i>Jan. 20, 2000</i> Bulletin No. <u>2</u> (45) Date of publication of specification –	(51) IPC <sup>2</sup> C 01 B 31/06  (53) UDC 666.233(088.8) JUL 10, 2000
State Committee of the Council of Ministers of the USSR on Inventions and Discoveries		
(72) Authors of the invention K.Kh. Bibaev, L.F. Afanasyeva and L.E. Shterenberg (71) Applicant Order of the Red Banner of Labor Institute of High-Pressure Physics of the Academy of Sciences of the USSR		

(54) Method of chemical treatment of polycrystalline diamond aggregates

The invention pertains to the field of manufacturing machine parts and tools that have polycrystalline superhard aggregates such as diamonds of the ballas and carbonado type, particularly crown bits, drilling bits, abrasive wheels, burnishers, and pencils for trueing abrasive wheels, cutters and dies.

Various methods of improving the properties of grains of abrasive materials, including diamonds, are known, by applying a layer of porous or crystalline silicon carbide to the surface of the diamond in a gaseous medium at temperatures of 1,300–1,500°C [1] or by heat treatment of the grains in a vacuum at temperatures of 1,500–1,600°C and in a vacuum of  $1 \cdot 10^{-4}$  –  $10 \cdot 10^{-5}$  mm of mercury column [2].

These methods are not suitable for improving the properties of polycrystalline diamond aggregates, which will be graphitized at such high temperatures, due to the presence of catalyst metal in them (as attached foreign material). This will lead to a decrease in their strength and abrasive ability.

There is also a known method of improving the resistance to wear of abrasive items, according to which the diamonds are coated with metal [3]. This method is not suitable for improving the mechanical properties of polycrystalline diamonds, since such a coating cannot increase the aggregates' abrasive ability.

The method that is most similar to the one being described here is a method of chemical treatment of polycrystalline diamond aggregates synthesized in the presence of catalysts based on nickel and chromium through the action of mineral acids along with heating, including a mixture of concentrated nitric and sulfuric acids containing from 10 to 20% HNO<sub>3</sub> in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> [4].

This method of treatment cannot improve the mechanical properties of polycrystalline diamond aggregates, since the use of such a strong oxidizing agent as a mixture of nitric and sulfuric acids leads to a drop in strength and a decrease in the diamond aggregates' abrasive ability.

The purpose of the invention is to improve the abrasive ability of diamond aggregates.

This is achieved by treating polycrystalline diamonds synthesized in the presence of nickel and chromium. The treatment is done at 20–100°C with a mixture of hydrochloric acid (35–38% concentration), nitric acid (61–68% concentration) and water in volume ratios from 1:1:1 to 1:1:2. It is preferable for the treatment to last 10–15 min.

The method's distinctive features are the use of a weak oxidizing agent, a certain ratio of the oxidizing mixture's ingredients and a treatment temperature from 20 to 100°C.

The method's technology consists in the following. Polycrystalline diamond aggregates synthesized in the presence of an alloy based on nickel and chromium are placed in a mixture consisting of hydrochloric acid (35–38% concentration), nitric acid (61–68% concentration) and distilled water in volume ratios from 1:1:1 to 1:1:2 and held at 20°C for 5 h, or the mixture is heated to 100°C and diamonds are kept in the mixture for 10–15 min. Then the mixture is poured off, the polycrystalline diamond aggregates are rinsed with distilled water to remove residues of the mixture and dried.

Example 1. One hundred polycrystalline diamond aggregates with a carbonado microstructure, synthesized from graphite of grade MG-OSCh in the presence of an alloy containing nickel and chromium in a ratio of 4:1 are treated with a mixture of hydrochloric acid (35–38% concentration), nitric acid (61–68% concentration) and distilled water in volume ratio 1:1:1 at a temperature of 100°C for 15 min. Part of the specimens, ~5%, is destroyed. After treatment, the aggregates are rinsed with distilled water and dried. After the chemical treatment, 50% of the diamond aggregates have abrasive ability above  $600 \cdot 10^3$  mg/mg, while before the treatment 50% of the diamond aggregates have abrasive ability of  $(50-100) \cdot 10^3$  mg/mg.

Polycrystalline diamond aggregates treated according to the proposed method have higher abrasive ability and improved resistance to wear, which increases the service life of a diamond tool and improves its quality.

In addition, the proposed method makes it possible to select aggregates suitable for manufacturing a single-crystal tool.

The mechanical properties of polycrystalline diamond aggregates synthesized in the presence of a different catalyst can be improved by a similar method with the proper choice of mineral acids.

#### Claim

1. The method of chemical treatment of polycrystalline diamond aggregates synthesized in the presence of a catalyst alloy based on nickel and chromium through the action of mineral acids along with heating differs in that for the purpose of improving the diamond aggregates' abrasive ability they are treated at 20–100°C with a mixture of hydrochloric acid (35–38% concentration), nitric acid (61–68% concentration) and water in volume ratios from 1:1:1 to 1:1:2.

2. The method according to item 1 differs in that the treatment can be done in 10–15 min.

#### References taken into account in the expert review:

1. Great Britain patent No. 1228253, IPC C 4V, August 15, 1967.
2. USSR author's certificate No. 321513, IPC C 04 B 35/50, February 1, 1972.
3. Great Britain patent No. 1041430, IPC C4V, December 23, 1964.
4. *Industrial Diamond Rev.*, no. 180, vol. 15, 11, p. 210, 1955.